

①9 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ Offenlegungsschrift  
⑪ DE 37 10207 A1

⑳ Aktenzeichen: P 37 10 207.9  
㉑ Anmeldetag: 27. 3. 87  
㉒ Offenlegungstag: 6. 10. 88

⑤ Int. Cl. 4:  
C03 C 25/02

G 02 B 1/10,  
G 02 B 6/44  
D 06 M 15/643  
// C09D 3/82,  
C08J 3/28  
(C08J 3/24,  
C08L 83:07)C08G 77/  
20,G01N 33/44

**Behördeneigentum**

DE 37 10207 A1

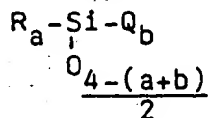
㉗ Anmelder:  
Siemens AG, 1000 Berlin und 8000 München, DE

㉘ Erfinder:  
Markert, Helmut, Dipl.-Chem. Dr., 8500 Nürnberg,  
DE; Rogler, Wolfgang, Dipl.-Chem. Dr., 8521  
Möhrendorf, DE; Jachmann, Jürgen, 4890 Herne,  
DE; Weitemeyer, Christian, Dipl.-Chem. Dr., 4300  
Essen, DE

⑤4 Optische Glasfaser mit einer Primärbeschichtung aus acrylsäureestergruppenhaltigen Organopolysiloxanen

An die Primärbeschichtung von optischen Glasfasern werden eine Reihe von Anforderungen gestellt. Bei den neuen optischen Glasfasern soll die Primärbeschichtung auf der Basis von Organopolysiloxanen unter anderem hydrolysestabil sein und schnell gehärtet werden können.

Erfindungsgemäß sind die Organopolysiloxane Verbindungen entsprechend der allgemeinen Formel:

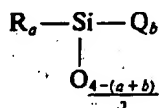


Lichtwellenleiter.

DE 37 10207 A1

## Patentansprüche

1. Optische Glasfaser mit einer Primärbeschichtung, welche wenigstens teilweise aus acrylsäureestergruppenhaltigen, an Silicium gebundene Alkyl- und/oder Arylgruppen aufweisenden Organopolysiloxanen besteht, wobei die bei Applikationstemperatur flüssigen Organopolysiloxane durch energiereiche Strahlung polymerisiert sind, dadurch gekennzeichnet, daß die Organopolysiloxane Verbindungen entsprechend der allgemeinen Formel



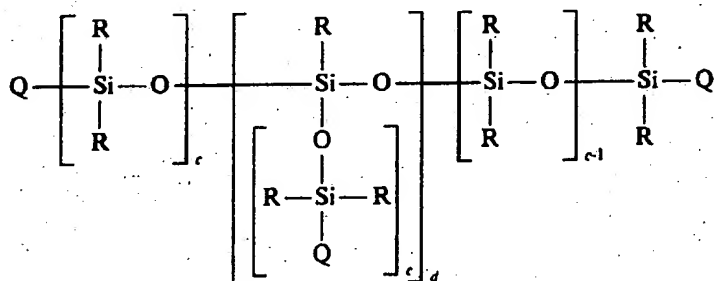
sind, wobei folgendes gilt:

- R = Alkyl mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen und/oder Phenyl,  
 Q = über das Sauerstoffatom einer um das Wasserstoffatom verminderten Hydroxylgruppe an Silicium gebundener mehrfacher Acryl- und/oder Methacrylsäureester eines Polyols aus der Gruppe Pentaerythrit, Trimethylolethan, Trimethylolpropan und Glycerin sowie deren Dimere und/oder Oxyalkylenderivate mit 1 bis 10 Oxyethylen- und/oder Oxypropyleneinheiten,  
 a = 1,6 bis 2,2,  
 b = 0,001 bis 1,6, und  
 a + b ≤ 3.

2. Optische Glasfaser nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Rest R der Organopolysiloxane zu mindestens 20% aus Phenyl- und zu höchstens 80% aus Methylresten, bezogen auf die Anzahl der Reste R, besteht.

3. Optische Glasfaser nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Rest Q der Organopolysiloxane der um das Wasserstoffatom einer Hydroxylgruppe verminderte Rest einer Verbindung aus der Gruppe Pentaerythrittriacyrylat, Dipentaerythritpentaacyrylat, Trimethylolethandiacyrylat, Ditrithylolethandiacyrylat, Trimethylolpropanendiacyrylat, Ditrithylolethandiacyrylat, Glycerindiacyrylat, Diglycerindiacyrylat oder von deren Oxyalkylenderivate mit 1 bis 10 Oxyethylen- oder Oxypropyleneinheiten ist.

4. Optische Glasfaser nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Organopolysiloxane Verbindungen entsprechend der allgemeinen durchschnittlichen Formel



sind, wobei R und Q wie vorstehend definiert sind, und c = 1 bis 1000, und d = 0 bis 200 bedeutet.

5. Optische Glasfaser nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Organopolysiloxane Gemische sind, welche aus 2 bis 30 Gew.-% äquilibrierten Organopolysiloxanen mit im Mittel 2 bis 50 Si-Atomen und 70 bis 98 Gew.-% äquilibrierten Organopolysiloxanen mit im Mittel 50 bis 2000 Si-Atomen bestehen.

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft eine optische Glasfaser mit einer Primärbeschichtung, welche wenigstens teilweise aus acrylsäureestergruppenhaltigen, an Silicium gebundenen Alkyl- und/oder Arylgruppen aufweisenden Organopolysiloxanen besteht, wobei die bei Applikationstemperatur flüssigen Organopolysiloxane durch energiereiche Strahlung polymerisiert sind.

Optische Glasfasern werden mit strahlenhärtbaren Beschichtungsmaterialien überzogen. Die Beschichtungsmaterialien erlauben einen rationellen Ziehprozeß, führen zu Fasern mit hoher Festigkeit und schützen die Fasern vor äußeren Einwirkungen. Hochleistungsglasfasern werden dabei im allgemeinen mit zwei Kunststoffschichten versehen, wobei die erste weiche, kautschukartige Schicht dafür sorgt, daß die der Glasfaser innewohnende mechanische Festigkeit erhalten bleibt. Darüber hinaus schützt diese Schicht die Glasfaser vor Dämpfungsverlusten durch Mikrobiegungen.

Ein charakteristisches Merkmal der Primärbeschichtung ist deshalb deren Flexibilität, die sich im Temperaturbereich von -50 bis +100°C nur geringfügig ändern soll. Ein für die Primärbeschichtung geeignetes Material

soll ferner — nach der Härtung — eine Glasübergangstemperatur von  $< -40^{\circ}\text{C}$  aufweisen, damit sichergestellt ist, daß sich die thermisch-mechanischen Eigenschaften im Einsatztemperaturbereich von  $-40$  bis  $+80^{\circ}\text{C}$  möglichst wenig ändern und die beschichtete Glasfaser innerhalb dieses Temperaturbereiches ein konstantes Dämpfungsverhalten aufweist.

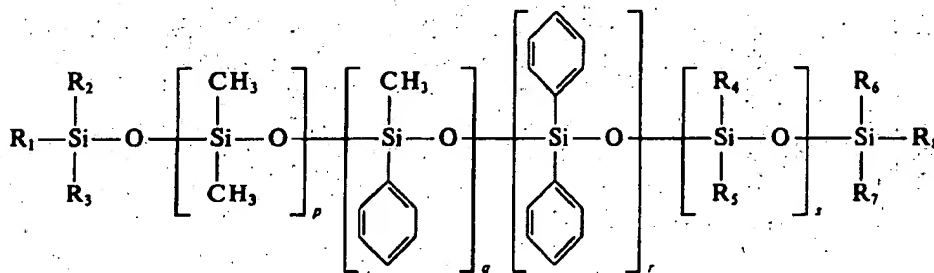
Es hat sich weiterhin gezeigt, daß Primärbeschichtungen mit einem Elastizitätsmodul  $\leq 10 \text{ N/mm}^2$  im Einsatztemperaturbereich günstig zur Vermeidung von durch Mikrobiegungen bedingten Zusatzdämpfungen sind. Häufig ist es auch erwünscht, daß der Brechungsindex der Primärbeschichtung größer als derjenige der äußeren Schicht der Glasfaser ist. In vielen Fällen wird deshalb ein Beschichtungsmaterial mit einem Brechungsindex gefordert, der größer als 1,46 ist, d. h. größer als der Brechungsindex von Quarzglas bei Temperaturen bis  $80^{\circ}\text{C}$ .

Aus produktionstechnischen Gründen ist eine schnelle Strahlenhärtbarkeit des Beschichtungsharzes erforderlich. Die Aushärtung muß deshalb — bei den geforderten Ziehgeschwindigkeiten für Glasfasern von  $> 5 \text{ m/s}$  — in weniger als 1 s, vorzugsweise in  $< 0,5 \text{ s}$ , erfolgen. Das Beschichtungsharz muß darüber hinaus nach der Aushärtung eine ausreichende Hydrolysefestigkeit aufweisen sowie widerstandsfähig gegen chemische und mechanische Umgebungseinflüsse sein, damit die geforderte Langzeitstabilität gewährleistet wird.

Die zweite, d. h. die äußere Kunststoffbeschichtung dient vor allem zum Schutz der Faser vor chemischen und mechanischen Einflüssen bei der weiteren Verarbeitung. Diese Beschichtung ist deshalb mechanisch härter eingestellt.

Es sind bereits viele Ausführungsformen einer Zweifachbeschichtung bekannt. Dabei handelt es sich vor allem um UV-härtbare Urethanacrylate, und zwar sowohl zur Ausbildung der Primär- als auch der Sekundärbeschichtung. Derartige Beschichtungen mit Urethanacrylaten sind beispielsweise in der DE-AS 34 37 531 und der EP-OS 01 11 280 beschrieben. Die Urethanacrylate erfüllen jedoch noch nicht alle Anforderungen, die bei der Verwendung zur Beschichtung von optischen Glasfasern gestellt werden. Vor allem die Forderung nach einer tiefen Glasumwandlungstemperatur und nach der Beibehaltung der elastischen Eigenschaften über einen weiten Temperaturbereich hat deshalb zur Entwicklung strahlenhärtbarer Primärbeschichtungsmaterialien aus acrylat-modifizierten Organopolysiloxanen geführt.

In der EP-A1-01 55 051 ist eine optische Glasfaser mit einer Kunststoffummantelung beschrieben, wobei die Glasfaser mit einer Umhüllungsschicht mit einer Brechunghzahl versehen ist, die höher als die der äußeren Schicht der Glasfaser ist. Die Umhüllungsschicht ist aus einer härtbaren Kunststoffzusammensetzung gebildet, die ein Copolymer enthält, das als monomere Einheiten Dimethylsiloxan und mindestens ein Siloxan aus der Gruppe Methyl-Phenylsiloxan und Diphenylsiloxan aufweist. Das Copolymer selbst ist eine Verbindung mit der folgenden Zusammensetzung:



worin  $\text{R}_1$  und  $\text{R}_8$  Alkyl-, Aryl- und acrylathaltige Alkylgruppen,  $\text{R}_2$ ,  $\text{R}_3$ ,  $\text{R}_4$ ,  $\text{R}_6$  und  $\text{R}_7$  Alkyl- und Arylgruppen sind, und  $\text{R}_5$  eine acrylathaltige organische Gruppe ist, das mittlere Molekulargewicht der Polymermoleküle zwischen 1000 und 1 000 000 liegt, und die mittleren Fraktionen der monomeren Einheiten je Polymermolekül innerhalb der folgenden Grenzen liegen:

$$\begin{array}{l} 0,005 \leq p \leq 0,995 \\ 0 \leq q \leq 0,995 \\ 0 \leq r \leq 0,49 \\ 0 \leq s \leq 0,1, \end{array}$$

wobei  $0,005 \leq (q + 2r) \leq 0,955$  ist und die monomeren Einheiten blockweise, alternierend oder beliebig im Molekül verteilt sein können, und wobei das Copolymer mindestens zwei Acrylatgruppen je Molekül enthält.

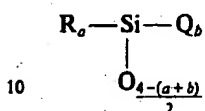
Die acrylathaltige Alkylgruppe ist eine Gruppe der Formel  $-\text{R}_9\text{OCOCH}=\text{CH}_2$ , wobei  $\text{R}_9$  ein Alkylrest, beispielsweise die Gruppe  $-(\text{CH}_2)_n-$  mit  $n \geq 1$ , ist. Die Beschichtungsmaterialien sind somit entsprechend dieser Definition mit Monoacrylatgruppen funktionalisiert, die über eine Si-C-Bindung mit der Siloxankette verknüpft sind.

In der veröffentlichten internationalen Patentanmeldung WO 84/00424 sind Siliconacrylate als Primärbeschichtungsmaterialien beschrieben, die ein Molekulargewicht von 500 bis 5000 besitzen und 2 bis 6 Monoacrylatgruppen aufweisen. Diese Monoacrylatgruppen sind vorzugsweise über Si-C-Bindungen mit der Siloxankette verknüpft. Siliconacrylate mit einer Si-O-C-Verknüpfung werden im Hinblick auf mögliche Hydrolysereaktionen als weniger geeignet angesehen, da ein etwaiger hydrolytischer Abbau des Beschichtungsmaterials — über sich ändernde mechanische Eigenschaften — zu einer Änderung des Dämpfungsverhaltens und damit zu einem ungenügenden Langzeitverhalten der optischen Faser führen würde.

Aufgabe der Erfindung ist es, bei optischen Glasfasern der eingangs genannten Art mit Beschichtungsmateria-

lien auf der Basis von Organopolysiloxanen die Primärbeschichtung derart auszugestalten, daß sie sowohl hydrolysestabil ist als auch schnell gehärtet werden kann, ohne daß dadurch andere geforderte Eigenschaften, wie niedriger E-Modul, niedrige Glasübergangstemperatur und niedrige Viskosität, negativ beeinflusst werden.

Dies wird erfindungsgemäß dadurch erreicht, daß die Organopolysiloxane Verbindungen entsprechend der allgemeinen Formel



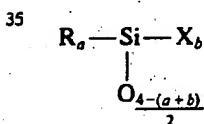
sind, wobei folgendes gilt:

- 15 R = Alkyl mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen und/oder Phenyl,  
 Q = über das Sauerstoffatom einer um das Wasserstoffatom verminderten Hydroxylgruppe an Silicium gebundener mehrfacher Acryl- und/oder Methacrylsäureester eines Polyols aus der Gruppe Pentaerythrit, Trimethyloläthan, Trimethylolpropan und Glycerin sowie deren Dimere und/oder Oxyalkylderivate mit 1 bis 10 Oxyethylen- und/oder Oxypropyleneinheiten,  
 20 a = 1,6 bis 2,2,  
 b = 0,001 bis 1,6, und  
 a + b ≤ 3.

Bei der erfindungsgemäßen optischen Glasfaser ist die Gruppe R der Organopolysiloxane vorzugsweise eine Alkylgruppe mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, insbesondere eine Methylgruppe, oder eine Phenylgruppe. Dabei kann der Rest R innerhalb des Moleküls unterschiedliche Bedeutung annehmen. Insbesondere kann R die Bedeutung einer Methyl- und einer Phenylgruppe im gleichen Molekül haben.

Der Index a hat einen Wert von 1,6 bis 2,2, vorzugsweise von 1,8 bis 2,0. Der Index b hat einen Wert von 0,001 bis 1,6, vorzugsweise von 0,002 bis 0,4.

30 Aus der DE-PS 27 47 233 ist ein Verfahren zur Herstellung von mit (Meth-)Acrylsäureestern modifizierten Organopolysiloxanen durch Umsetzung von COH-Gruppen aufweisenden (Meth-)Acrylsäureestern mit Organopolysiloxanen, die SiX-Gruppen (X = Alkoxy, Hydroxyl oder Chlor) aufweisen, bekannt. Bei diesem Verfahren werden Organopolysiloxane der Art



verwendet, wobei folgendes gilt:

- R = Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen und/oder Phenyl,  
 X = Chlor oder OR<sup>1</sup>, wobei R<sup>1</sup> Alkyl mit 1 bis 4 C-Atomen und/oder Wasserstoff bedeutet, und  
 45 a = 1,0 bis 2,0,  
 b = 0,02 bis 1,6, und  
 a + b ≤ 2,66.

Das Siloxanmolekül weist dabei 3 bis 100 Si-Atome auf und als (Meth-)Acrylsäureester wird Pentaerythrittri(meth)acrylat verwendet, wobei, bezogen auf SiX-Gruppen, 0,05 Mol bis äquimolare Mengen des Pentaerythritesters eingesetzt werden.

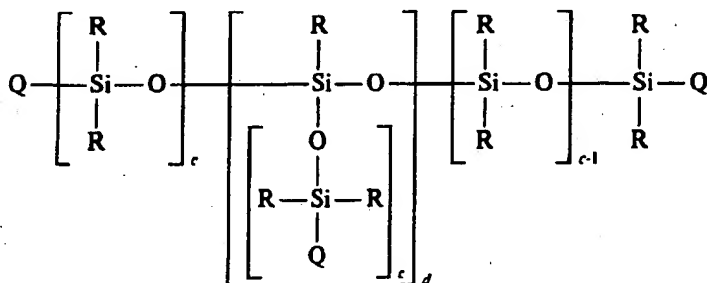
Die nach dem bekannten Verfahren hergestellten Verbindungen dienen insbesondere als Bindemittel für Lacke und Farben. Überraschenderweise wurde nun gefunden, daß nach diesem Verfahren herstellbare modifizierte Organopolysiloxane zur Primärbeschichtung von Glasfasern geeignet sind, und zwar insbesondere dann, wenn sie hinsichtlich der Struktur diesem Verwendungszweck in geeigneter Weise angepaßt werden. Dabei erweisen sich diese mit Acrylsäureestern modifizierten Organopolysiloxane unter den Anwendungsbedingungen als ausreichend hydrolysestabil, obwohl die Acrylatgruppe über eine Si—O—C-Bindung mit dem Siloxangerüst verbunden ist.

Die (Meth-)Acrylsäureestergruppen der Polysiloxane sind Bestandteil des Substituenten Q. Dieser Substituent ist der um das Wasserstoffatom einer Hydroxylgruppe verminderte mehrfache (Meth-)Acrylsäureester eines Polyols (Polyalkohols), wobei als Polyole Pentaerythrit, Trimethyloläthan, Trimethylolpropan und Glycerin in Frage kommen. Von den n Hydroxylfunktionen dieser mehrwertigen Alkohole sind maximal n—1 Hydroxylfunktionen mit (Meth-)Acrylsäure verestert. Die verbleibende Hydroxylfunktion dient der Verknüpfung mit dem Organopolysiloxan, so daß der Rest Q mit dem Si-Atom des Polysiloxangerüsts eine Si—O—C-Brücke ausbildet.

Die vorgenannten partiell veresterten Polyalkohole können auch in Form ihrer Dimeren vorliegen, die durch intermolekulare Kondensation erhältlich sind. Die Polyalkohole Pentaerythrit, Trimethyloläthan, Trimethylolpropan und Glycerin können vor ihrer Veresterung mit (Meth-)Acrylsäure auch mit Alkylenoxiden, d. h. Äthylen-

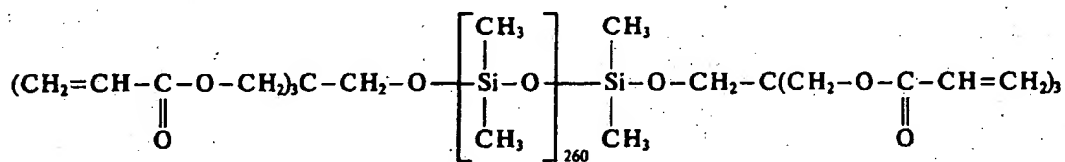
oxid und/oder Propylenoxid, umgesetzt werden, wobei 1 bis 10 derartige Oxyethylen- bzw. Oxypropyleneinheiten angelagert sein können. Der Rest Q kann somit von Pentaerythrittriacyrylat, Dipentaerythritpentaacyrylat, Trimethylolethandiacyrylat, Ditrimehylolethantriacyrylat, Trimethylolpropandiacyrylat, Ditrimehylprpantriacyrylat, Glycerindiacyrylat, Diglycerintriacyrylat oder deren Oxyalkylenethern hergeleitet sein.

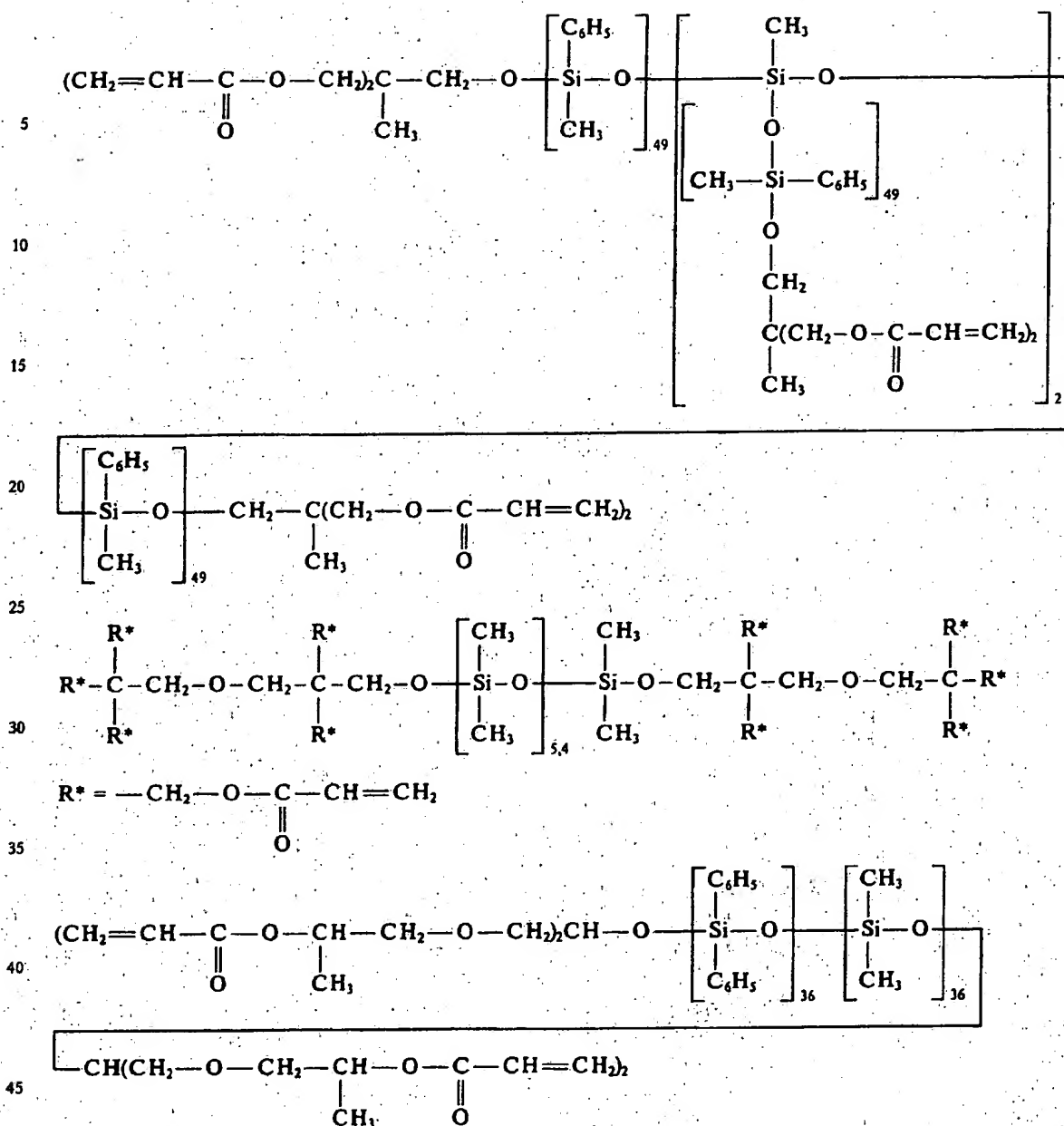
Besonders bevorzugt werden Organopolysiloxane der folgenden allgemeinen durchschnittlichen Formel:



wobei R und Q wie vorstehend definiert sind, und  $c = 1$  bis 1000, und  $d = 0$  bis 200 bedeutet.

Beispiele für Organopolysiloxanacrylate, die bei den erfindungsgemäßen Glasfasern als Primärbeschichtung dienen, sind:





Um einen Brechungsindex von  $>1,46$  einzustellen, sind vorzugsweise mindestens 20% der Reste R im durchschnittlichen Molekül Phenylreste. Zur Beeinflussung der elastischen und anderer Eigenschaften der mit Acrylatresten modifizierten Organopolysiloxane ist es möglich, Gemische von Organopolysiloxanen zu verwenden, die sich in bezug auf die mittlere Anzahl von Si-Atomen unterscheiden. Die Verwendung derartiger Gemische von äquilibrierten Organopolysiloxanen ist in der DE-AS 34 26 087 beschrieben. Für die Primärschichtung haben sich insbesondere solche Gemische von Organopolysiloxanen bewährt, welche aus 2 bis 30 Gew.-% äquilibrierten Organopolysiloxanen mit im Mittel 2 bis 50 Si-Atomen und 70 bis 98 Gew.-% äquilibrierten Organopolysiloxanen mit im Mittel 50 bis 2000 Si-Atomen bestehen.

Die Härtung, d. h. die Polymerisation, der acrylatfunktionalisierten Organopolysiloxane erfolgt — nach dem Aufbringen der bei Applikationstemperaturen flüssigen Siliconacrylate auf die optischen Glasfasern — mit energiereicher Strahlung. Bei der Verwendung von Elektronenstrahlen und Laserstrahlen sind dabei keine Photoinitiatoren notwendig. Erfolgt die Aushärtung durch UV-Strahlung, so sind zur Initiierung Photoinitiatoren vom Acetophenon-, Benzophenon-, Benzoinether- und Thioxanthontyp erforderlich, gegebenenfalls unter Zusatz von Aminen, wie Triethanolamin und Triethylamin. Die Wahl des Photoinitiators richtet sich nach der Verträglichkeit mit dem verwendeten Organopolysiloxan sowie nach der verwendeten Lichtquelle und der Anwesenheit von Sauerstoff.

Reaktive Verdünner, wie N-Vinylpyrrolidon, Phenoxyethylacrylat, Hexandioldiacrylat, Tripropylenglykoldiacrylat, Trimethylolpropantriacrylat, Pentaerythrittetraacrylat, Glycerinpropoxytriacrylat oder Butandioldiacrylat, haben zwar einen Einfluß auf die Härtungsgeschwindigkeit, sie sind aber bei geeigneter Abstimmung der

Kettenlänge der Siliconacrylate für die LWL-Beschichtung nicht notwendig. Die physikalischen Eigenschaften der Beschichtungsmaterialien lassen sich im übrigen durch den Zusatz von acrylatgruppenhaltigen Oligomeren oder Polymeren auf der Basis von Polyestern, Polyethern, Epoxiden oder Urethanen verbessern.

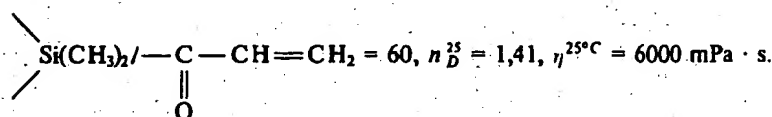
Als Sekundärbeschichtung können bei den erfindungsgemäßen optischen Glasfasern sowohl von den Eigenschaften her geeignete strahlenhärtbare Siliconacrylate als auch andere bereits erprobte Materialien, wie Urethanacrylate oder Epoxyacrylate, verwendet werden. Wesentlich ist dabei eine gute Benetzung der Primärbeschichtung sowie eine gute Haftung auf dieser. Die Sekundärbeschichtungen werden üblicherweise direkt nach der Härtung der Primärbeschichtung aufgebracht und ausgehärtet. Es ist auch möglich, auf die gehärtete Primärbeschichtung eine thermoplastische Sekundärbeschichtung durch Extrudieren aufzubringen.

Anhand von Ausführungsbeispielen soll die Erfindung noch näher erläutert werden.

### Beispiel 1

#### Prüfung der Hydrolysestabilität

Zur Prüfung der Hydrolysestabilität der gehärteten Coatings wurden Siliconacrylate verwendet, die nach dem aus der DE-PS 27 47 233 bekannten Verfahren durch Umsetzung von  $\alpha, \omega$ -Dichlorpolydimethylsiloxan mit Pentaerythrittriacrylat erhalten wurden. Für die nachfolgend beschriebenen Versuche wurde ein Gemisch von auf diese Weise  $\alpha, \omega$ -acrylatfunktionalisierten Polydimethylsiloxanen mit den Kettenlängen 15, 100 und 300 eingesetzt, das folgende Eigenschaften aufwies:



Dieses Gemisch wurde mit 4% eines käuflichen Photoinitiatorgemisches (Tego Photoinitiator A4 der Fa. Th. Goldschmidt AG) versetzt, im Vakuum bei Raumtemperatur homogenisiert und anschließend in einer Schichtdicke von  $200 \pm 5 \mu\text{m}$  auf Silicium-Wafer (Durchmesser: 10 cm) aufgeschleudert. Die UV-Härtung erfolgte mit einer Fusion-Bestrahlungsanlage mit Hg-Bulbs und elliptischem Reflektor unter Stickstoffatmosphäre während 3 s, um eine vollständige, homogene Härtung sicherzustellen.

Die von den Wafern abgezogenen Folien wurden im Klimaschrank ( $40^\circ\text{C}$ , 92% relative Luftfeuchtigkeit) auf Teflonträgern horizontal gelagert. Im Abstand von 2 bis 3 Wochen wurden Proben entnommen und 24 h bei Raumtemperatur aufbewahrt. Dann wurde durch Zug-Dehnungsmessungen an einem Instron-Gerät (Probengeometrie:  $50 \times 5 \text{ mm}$ ) der E-Modul bei 2% Dehnung bestimmt. Zum Vergleich wurden Proben eines kommerziellen Siliconacrylats (De Soto-Produkt 3036  $\times$  134 E) und eines Urethanacrylats (De Soto-Produkt 950  $\times$  65) analog im Klimaschrank gelagert und der E-Modul gemessen. Die Untersuchungen ergaben, daß bei Probekörpern aus dem Siliconacrylat gemäß der Erfindung selbst nach 12wöchiger Klimagerung keine ins Gewicht fallende Änderung des E-Moduls festzustellen ist (E-Modul: ca.  $0,6 \text{ N/mm}^2$ ). Dagegen nimmt der E-Modul des Vergleichsurethanacrylats im gleichen Zeitraum um 25% ab (von 2,4 auf  $1,8 \text{ N/mm}^2$ ) und derjenige des Vergleichssiliconacrylats um 25% zu (von 2,65 auf  $3,3 \text{ N/mm}^2$ ).

### Beispiel 2

#### Prüfung der Härtungsgeschwindigkeit

Das Siliconacrylat entsprechend Beispiel 1 wurde mit 4% eines käuflichen Photoinitiatorgemisches versetzt, im Vakuum homogenisiert und in einer Schichtdicke von  $100 \pm 3 \mu\text{m}$  auf Silicium-Wafer (Durchmesser: 10 cm) aufgeschleudert. Die beschichteten Wafer wurden unter Schutzgas auf einem Band unter einer Fusion-Bestrahlungsanlage mit Hg-Bulbs und elliptischem Reflektor durchgeführt. Jeder Durchlauf entsprach einer Bestrahlungsdauer von 0,15 s. Nach 24stündiger Lagerung der bestrahlten Proben bei Raumtemperatur wurden diese von den Wafern abgezogen und in Streifen mit den Abmessungen  $50 \times 50 \times 0,1 \text{ mm}$  geschnitten, dann wurde der E-Modul an einer Instron-Zugprüfmaschine bei 2,5% Dehnung bestimmt. Zum Vergleich wurden Proben eines kommerziellen Urethanacrylats (De Soto-Produkt 950  $\times$  65) in entsprechender Weise untersucht. Als Aushärungszeit wird dabei die Bestrahlungszeit angesehen, die notwendig ist, um ein Material mit konstantem E-Modul zu erhalten. Wie aus der nachfolgenden Tabelle ersichtlich, erreicht das erfindungsgemäße Material, wie auch das Vergleichsmaterial, einen konstanten E-Modul nach einer Bestrahlungsdauer von ca. 0,3 s. Das erfindungsgemäße Siliconacrylat kann somit ebenso schnell gehärtet werden wie das kommerzielle Urethanacrylat.

Bestrahlungszeit [s]	E-Modul (N/mm <sup>2</sup> ) Siliconacrylat	Urethanacrylat
0,15	0,47	1,43
0,30	0,66	1,73
0,60	0,67	1,80
3,00	0,70	1,83

## Beispiel 3

## Untersuchung der thermisch-mechanischen Eigenschaften

Das erfindungsgemäße Siliconacrylat wurde, wie in Beispiel 1 beschrieben, mit Photoinitiator versetzt, zu 400 µm dicken UV-gehärteten Folien verarbeitet und im dynamisch-mechanischen Spektrometer Polymer DMTA vermessen. Die Proben wurden unter 3-Punkt-Halterung mit einer Frequenz von 1 Hz bei einer Heizrate von 5 K/min belastet. Die Auswertung der Diagramme ergab für das gehärtete Siliconacrylat eine Glasübergangstemperatur ( $\tan \delta$ -Maximum) von  $-45^\circ\text{C}$ . Im Temperaturbereich von  $-40$  bis  $+80^\circ\text{C}$  ist der Speichermodul  $E'$  konstant.

## Beispiel 4

## Beschichtung einer Glasfaser und Untersuchung der beschichteten Faser

An einem Faserziehturm wurde aus einer Preform eine Monomodefaser mit einem Außendurchmesser von 125 µm gezogen und mittels einer Küvette mit dem UV-härtbaren Siliconacrylat entsprechend Beispiel 1 versehen. Das Siliconacrylat ließ sich tropfenfrei in einer Schichtdicke von ca. 37 µm aufbringen, entsprechend einem Außendurchmesser der primärbeschichteten Faser von 200 µm. Zum mechanischen Schutz der Faser wurde mittels einer zweiten Küvette ein handelsübliches UV-härtbares Urethanacrylat als Sekundärbeschichtung in einer Schichtdicke von 25 µm aufgebracht. Die doppelt beschichtete Faser hatte einen Außendurchmesser von 250 µm. Zwischen den Beschichtungsküvetten sowie nach der zweiten Beschichtungsküvette durchlief die Faser eine UV-Strecke von insgesamt 75 cm mit rotationselliptischen Reflektoren und einer Lampenleistung von 120 Watt/cm. Während der Härtung wurde mit Stickstoff gespült. Die Ziehgeschwindigkeit betrug 2 m/s. Dämpfungsmessungen ergaben die für Monomodefasern üblichen Dämpfungswerte von weniger als 0,5 dB/km. Proben der beschichteten Faser wurden einer Lagerung im Klima  $40^\circ\text{C}/92\%$  relative Luftfeuchtigkeit sowie bei einer Temperatur von  $100^\circ\text{C}$  unterzogen. Beurteilungskriterium für das Verhalten der Beschichtung während der Belastung war der Schrumpf, bestimmt aus der Änderung des Fasergesamtdurchmessers. Bei der Klimalagerung wurde nach 8 Wochen ein Schrumpf von nur 3%, bei der Temperaturlagerung keine Änderung festgestellt.